

# METODE PERMUKAAN RESPON DAN APLIKASINYA

*by* Hasbi Yasin

---

**Submission date:** 22-Jan-2019 09:39AM (UTC+0700)

**Submission ID:** 1066826142

**File name:** manuscript\_optimisasi\_Fenton\_1\_mrt\_Hasbi.docx (76.92K)

**Word count:** 3681

**Character count:** 22560

## METODE PERMUKAAN RESPON DAN APLIKASINYA PADA PENGOLAHAN AIR LIMBAH LINDI HITAM DENGAN MENGGUNAKAN REAKSI FENTON

### RESPONSE SURFACE METHODOLOGY AND ITS APPLICATIONS FOR BLACK LIQUOR WASTEWATER TREATMENT USING FENTON REACTIONS

Ajeng Arum Sari<sup>1\*</sup>, Muryanto<sup>1</sup>, Hasbi Yasin<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Pusat Penelitian Kimia, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, Banten 15314 Indonesia

<sup>2</sup> Departemen Statistika, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro, Tembalang Semarang, Indonesia

Email: [ajeng.a.sari@lipi.go.id](mailto:ajeng.a.sari@lipi.go.id) / [ajeng\\_as@yahoo.co.id](mailto:ajeng_as@yahoo.co.id)

#### ABSTRACT

Bioethanol production from oil palm empty fruit bunches generated black liquor with high chemical oxygen demand (COD) and low dissolved oxygen (DO). Lignin as main compound in black liquor can be destructed by using high oxidation from OH radical system such as Fenton method. Thereafter, black liquor can be decolorized. The aim of this research was to determine optimum condition for black liquor decolorization by using central composite design. FeSO<sub>4</sub> and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> were used for Fenton-like's reagent. The process was conducted in jar test at 200 rpm for 10 minutes and after that slowly mixed (50 rpm) for 2 hours, and left for sedimentation 24 hours. The highest decolorization of black liquor 53 % was obtained at pH 13 with volume ratio H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and FeSO<sub>4</sub> 1:1. Response surface methodology was used to optimize the variables so the efficiency of wastewater decolorization of black liquor can be increased. Decolorization of black liquor can be increased up to 73% when the pH, the concentration of FeSO<sub>4</sub> and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> concentrations were used by 6.64; 0.1 mM, and 3.68 mM, respectively. This suggests that the Fenton method has the potential to overcome the problems of black liquor waste water in the production of bioethanol.

**Keywords:** Black liquor decolorization, Fenton, response surface method, central composite design

#### ABSTRAK

Pembuatan bioetanol dari tandan kosong kelapa sawit menghasilkan lindi hitam dengan karakteristik nilai COD tinggi dan nilai oksigen terlarut rendah. Lignin sebagai senyawa utama dalam lindi hitam dapat didegradasi dengan menggunakan oksidasi tinggi dari sistem radikal OH seperti metode Fenton. Setelah itu, lindi hitam tersebut dapat didekolorisasi. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui kondisi optimum variabel pH, konsentrasi  $\text{FeSO}_4$ , dan konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  untuk mendekolorisasi lindi hitam dengan menggunakan metode desain komposit pusat.  $\text{FeSO}_4$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  digunakan untuk reagen Fenton. Proses pengadukan dilakukan di jar test dengan kecepatan 200 rpm selama 10 menit, kemudian kecepatan pengadukan diturunkan hingga 50 rpm selama 2 jam, dan disedimentasi 24 jam. Dekolorisasi tertinggi lindi hitam diperoleh sebesar 53% pada pH 13 dengan perbandingan volume  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{FeSO}_4$  1: 1. Metode Fenton mampu mendekolorisasi air limbah lindi hitam dari proses bioetanol sebesar 52% pada pH 13 dengan rasio volume. Metode permukaan respon merupakan metode yang baik untuk mengoptimasi variabel-variabel sehingga mampu meningkatkan efisiensi dekolorisasi air limbah lindi hitam. Dekolorisasi air limbah lindi hitam dapat ditingkatkan hingga mencapai 73% apabila pH, konsentrasi  $\text{FeSO}_4$ , dan konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  yang digunakan masing-masing sebesar 6,64; 0,1 mM, dan 3,68 mM. Hal ini menunjukkan bahwa metode Fenton mempunyai potensi dalam mengatasi permasalahan air limbah lindi hitam pada proses pembuatan bioetanol.

**Kata kunci:** Dekolorisasi lindi hitam, Fenton, metode permukaan respon, desain komposit pusat

## PENDAHULUAN

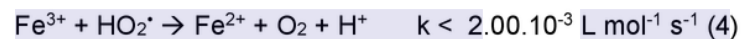
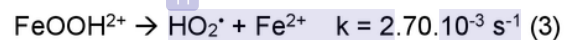
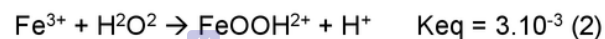
Pengembangan energi baru dan terbarukan menjadi hal serius di Indonesia karena semakin menipisnya cadangan bahan bakar minyak dari fosil. Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan bahan bakar cair bioetanol, dinamakan bioetanol generasi 2 atau bioetanol G2. Tahapan proses pembuatan bioetanol adalah perlakuan awal untuk menghilangkan lignin, hidrolisis selulosa untuk menghasilkan glukosa, fermentasi glukosa menjadi etanol, dan distilasi untuk mendapatkan etanol murni. Proses perlakuan awal dapat dilakukan secara kimia dengan menggunakan larutan alkali ( $\text{NaOH}$ ).

Proses perlakuan awal dengan basa mampu menghilangkan lignin dalam TKKS secara efektif, namun proses ini juga menghasilkan air limbah lindi hitam. Produksi bioetanol di Pusat Penelitian Kimia LIPI sebanyak 76,46 kg diperoleh dari TKKS sebanyak 600 kg akan menghasilkan air limbah lindi hitam sebanyak 3000 liter. Karakteristik air limbah lindi hitam secara umum terdiri dari senyawa organik dengan kandungan karbon 22,76%, hidrogen 5,16%, oksigen 31,27%, dan lignin 51,23% serta senyawa anorganik seperti  $\text{NaOH}$  7-8% (Risanto dkk., 2014,

Muryanto dkk., 2015). Air limbah lindi hitam dapat membahayakan ekosistem perairan jika langsung dibuang ke perairan karena air limbah tersebut mengandung konsentrasi tinggi COD, warna, dan TSS (Yang dkk., 2003; Bhattacharjeea dan Bhattacharyab, 2006; Hewitt dkk., 2006).

Beberapa metode yang umum digunakan untuk mengolah air limbah lindi hitam adalah ultrafiltrasi, *reverse osmosis* (RO), pertukaran ion, karbon aktif, reaktor membran, elektrokoagulasi, sistem lagon, padatan aktif, anaerob serta pengolahan jamur untuk menghilangkan TSS dan bahan organik terlarut (Bajpai 2001; Chandra 2001; Irfan et al. 2013). Metode konvensional seperti koagulasi-flokulasi terkadang memiliki beberapa kelemahan seperti penggunaan bahan kimia banyak, efisiensi rendah untuk konsentrasi air limbah sangat tinggi, dan terbentuk padatan yang membutuhkan pihak ketiga untuk mengolahnya lebih lanjut. Oleh karena itu, teknologi maju yang mampu mengatasi permasalahan-permasalahan di atas dibutuhkan.

Metode oksidasi tinggi yang diperoleh dari OH radikal seperti teknologi *advanced oxidation processes* (AOPs), fotokatalisis, dan Fenton sedang menjadi salah satu teknologi yang populer digunakan untuk mengolah air limbah lindi hitam (Torrades dkk., 2011; Torrades dan Garcia-Montano, 2014). Teknologi Fenton banyak digunakan untuk mengolah air limbah organik karena mampu mendestruksi polutan organik, pengurangan toksisitas, peningkatan efisiensi biodegradasi, penyisihan BOD/COD, dan penyisihan bau serta warna (Araujo dkk., 2002). Teknologi Fenton dibutuhkan untuk menyisihkan konsentrasi tinggi COD dan mendestruksi struktur lignin yang terkandung dalam air limbah lindi hitam. Reagen Fenton yang umum digunakan adalah besi sulfat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) – hidrogen peroksida karena *high reaction yields*, mudah didapat dan ekonomis. Reaksi yang berkaitan dengan radikal hidroksil dan regenerasi ion  $\text{Fe}^{2+}$  adalah sebagai berikut:



Efisiensi penyisihan COD pada *white liquor* dengan menggunakan sistem ini adalah 624% (Sevimli dkk. 2014). Araujo dkk. (2002) menyebutkan bahwa dengan sistem Fenton, degradasi lignin dapat mencapai 95-100%. Proses Fenton untuk menyisihkan COD dan komponen organik lainnya tergantung oleh pH, temperatur serta konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  (Ahmadi dkk., 2005).

Banyaknya variabel yang mempengaruhi proses Fenton ini menyebabkan perlunya desain eksperimen yang tepat sehingga hasil optimasi didapat dalam waktu singkat dan tidak membutuhkan banyak proses eksperimen. *Response Surface Methodology* (RSM) atau metode respon permukaan merupakan kompilasi desain eksperimental dan beberapa metode berbasis regresi untuk menganalisa masalah di mana beberapa variabel independen mempengaruhi variabel respon dan bertujuan akhir untuk mengoptimalkan respon (Wang dkk., 2007). Metode respon permukaan menggunakan desain eksperimental seperti desain pusat komposit (*Central Composite Design / CCD*), matriks Doehlert, desain Box-Behnken, dan faktorial desain tiga tingkat penuh untuk mengoptimasi data dengan teknik kuadrat (Ferreira dkk., 2007).

Desain eksperimental menyediakan cara yang sistematis untuk memperoleh variabel kombinasi dan interaksi antara variabel dengan jumlah percobaan seminimum mungkin. Plot respon permukaan dapat digunakan untuk mempelajari permukaan dan menemukan kondisi optimum. Sebagian besar publikasi mengenai optimasi proses Fenton atau foto-Fenton pada air limbah sintetik zat warna seperti Acid Blue 193 dan Reaktif Black 39 dilakukan dengan menggunakan metode desain pusat komposit (Arslan-Alaton dkk., 2009; Arslan-Alaton dkk., 2010). Di sisi lain, teknik Box-Behnken telah digunakan untuk optimasi proses Fenton dan foto-Fenton dalam mendegradasi pewarna Direct Red 28 (Ay dkk., 2008; Ay dkk., 2009).

Di dalam penelitian ini, metode desain pusat komposit dengan model linier kuadratik (Full Quadratic) dalam bentuk 17 desain faktorial penuh digunakan untuk mengembangkan persamaan matematika, dalam rangka dekolorasi air limbah lindi hitam dengan menggunakan metode Fenton. Konsentrasi hidrogen peroksida, konsentrasi besi sulfat, dan pH larutan digunakan sebagai parameter yang mempengaruhi dekolorasi telah dievaluasi. Ini merupakan penelitian pertama tentang optimisasi proses degradasi lindi hitam dengan menggunakan mekanisme



Fenton. Studi ini bertujuan untuk mengidentifikasi kondisi optimum proses dekolorisasi lindi hitam dengan menggunakan CCD.

## METODE

### Degradasi air limbah lindi hitam dengan metode Fenton

Air limbah lindi hitam diambil dari proses perlakuan awal pembuatan bioetanol dari TKKS di *pilot plant* Pusat Penelitian Kimia LIPI, Serpong, Tangerang Selatan. Saat akan digunakan, air limbah lindi hitam diaduk hingga tercampur rata. Besi sulfat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) digunakan sebagai reagen Fenton yang menghasilkan hidroksil radikal. Campuran reaksi terdiri dari 45 mL air limbah dan 5 mL reagen Fenton yang terdiri dari 0.7M  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan 3M  $\text{H}_2\text{O}_2$   $\text{FeSO}_4$  dengan perbandingan 1:3, 1:1, dan 3:1. Variasi pH 7, 10, dan 13 (pH lindi hitam) juga dilakukan dengan menambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  76%. Campuran ini diaduk pada jar test dalam 2 tahap. Tahap pertama yaitu putaran cepat 200 rpm selama 10 menit, sedangkan tahap kedua yaitu putaran lambat 50 rpm selama 2 jam. Campuran kemudian didiamkan selama 24 jam untuk kemudian dipisahkan larutan dan endapannya dengan cara sentrifugasi pada 10.000 rpm selama 10 menit. Sebagai kontrol, disertakan pula lindi hitam yang ditambahkan  $\text{H}_2\text{O}_2$  atau  $\text{FeSO}_4$  saja

### Analisa sampel lindi hitam

Endapan yang masih basah dikeringkan di dalam oven bertemperatur 100 °C selama 24 jam untuk kemudian diukur massanya. Dekolorisasi lindi hitam dan degradasi lignin pada supernatan yang telah disaring diukur dengan menggunakan spektrofotometer Agilent pada panjang gelombang masing-masing 575 nm dan 430 nm.

### Desain eksperimen dan analisa data

Metode yang digunakan adalah desain pusat komposit dengan model linier kuadratik (*Full Quadratic*) sebagai berikut:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2 \quad (5)$$

Proses Fenton ini akan mengoptimasi 3 jenis variabel yaitu pH,  $[\text{H}_2\text{O}_2]$  dan  $[\text{Fe}^{2+}]$  (Tabel 1).

**Tabel 1.** Kode Level dan Nilai Level dari Variabel Optimasi Proses Fenton.

Variabel	Kode Variabel				
	-1.68	-1	0	+1	+1,68
pH	6.64	8	10	12	13.36
[Fe <sup>2+</sup> ] (M)	0.10	0.20	0.35	0.50	0.60
[H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ] (M)	0.32	1	2	3	3.68

Berdasarkan 3 variabel tersebut, maka banyaknya percobaan yang akan dilakukan (N) adalah 15 buah ( $N = 3^2 + 3 + 3$  dengan C0 sebanyak 3). Selain itu, pada proses ini juga ditambahkan 2 buah titik diluar variabel yang dibatasi. Variabel optimasi proses Fenton ini dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Variabel Optimasi Proses Fenton

pH (x1)	[Fe <sup>2+</sup> ](x2)	[H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ]( x3)
-1 (8.00)	-1 (0.20)	-1 (1.00)
-1 (8.00)	-1 (0.20)	+1 (3.00)
-1 (8.00)	+1 (0.50)	-1 (1.00)
-1 (8.00)	+1 (0.50)	+1 (3.00)
+1 (12.00)	-1 (0.20)	-1 (1.00)
+1 (12.00)	-1 (0.20)	+1 (3.00)
+1 (12.00)	+1 (0.50)	-1 (1.00)
+1 (12.00)	+1 (0.50)	+1 (3.00)
-1.68 (6.64)	0 (0.35)	0 (2.00)
+1.68 (13.36)	0 (0.35)	0 (2.00)
0 (10.00)	-1.68 (0.10)	0 (2.00)
0 (10.00)	+1.68 (0.60)	0 (2.00)
0 (10.00)	0 (0.35)	-1.68 (0.32)
0 (10.00)	0 (0.35)	+1.68 (3.68)
0 (10.00)	0 (0.35)	0 (2.00)
0 (10.00)	0 (0.35)	0 (2.00)
0 (10.00)	0 (0.35)	0 (2.00)

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pemilihan konsentrasi Reagen Fenton

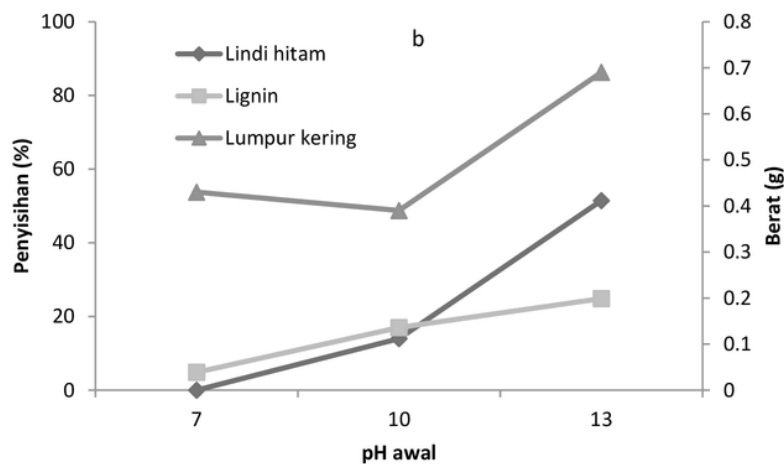
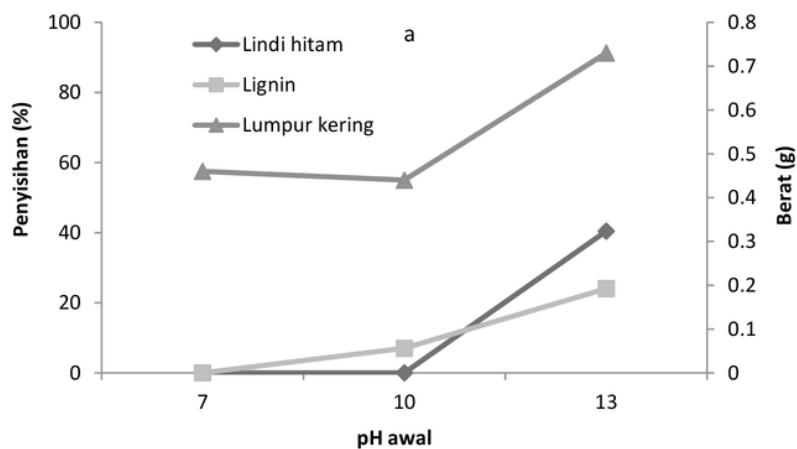
Reagen Fenton dipengaruhi oleh beberapa variabel, diantaranya adalah pH proses, konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  (Torrades dkk., 2011). Variasi konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  serta pH berkontribusi pada proses pembentukan radikal hidroksil (Neyens dan Baeyens, 2003). Pengaruh konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{FeSO}_4$  dilakukan dengan variasi rasio 1:3, 1:1, dan 3:1. Pengaturan pH larutan dilakukan dengan penambahan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ke dalam lindi hitam sebelum reagen Fenton dimasukkan ke dalam lindi hitam. Hasil dekolorisasi lindi hitam, degradasi lignin, dan pengukuran endapan kering ditampilkan pada gambar 1 a-c.

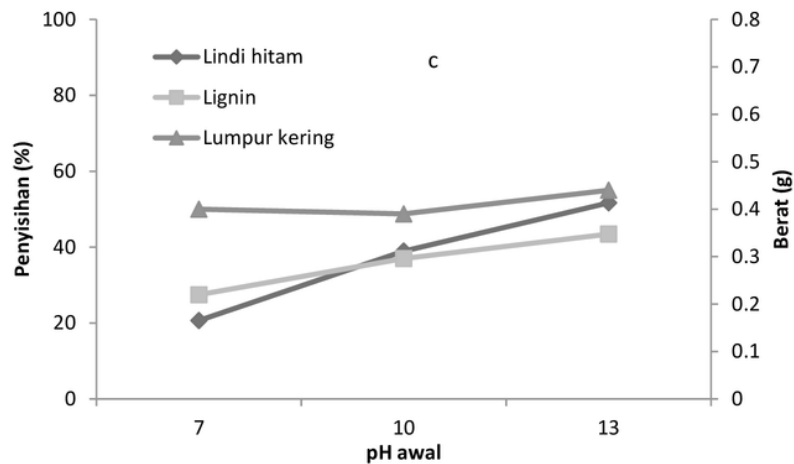
Pengaruh konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{FeSO}_4$  diamati untuk menentukan rasio optimal perbandingan reagen Fenton. Gambar 1a menunjukkan bahwa dekolorisasi lindi hitam pada rasio volume  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{FeSO}_4$  1:3 tidak terjadi. Hal ini disebabkan oleh rendahnya konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan tingginya konsentrasi  $\text{FeSO}_4$ . Keberadaan  $\text{FeSO}_4$  yang berlebih berakibat pada sedikitnya radikal hidroksida yang dihasilkan sehingga menurunkan kemampuan pereaksi Fenton untuk mendegradasi lignin terlarut. Ahmadi dkk. (2005) menyebutkan bahwa senyawa fenolik kurang mampu didegradasi oleh proses Fenton dengan konsentrasi  $\text{FeSO}_4$  rendah.

Dekolorisasi lindi hitam terbaik didapat saat proses Fenton dilakukan pada pH 13 dengan rasio volume  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{FeSO}_4$  1:1, yaitu sebesar 52% (Gambar 1b). Semakin tinggi konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  maka dekolorisasi lindi hitam dan degradasi lignin semakin meningkat. Penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  telah mempengaruhi dekomposisi senyawa organik kompleks karena peningkatan radikal OH yang tersedia saat reaksi Fenton (Cortez dkk., 2011). Selain itu, penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  menyebabkan pH menurun karena adanya fragmentasi bahan organik menjadi asam organik (Araujo dkk., 2002).  $\text{FeSO}_4$  diperlukan dalam reagen Fenton karena ion  $\text{Fe}^{2+/3+}$  mampu menguraikan oksidan-oksidan menjadi radikal bebas sehingga meningkatkan konsentrasi radikal hidroksil yang dapat meningkatkan laju degradasi. Kemampuan metode Fenton untuk mendegradasi lignin sejalan dengan mendekolorisasi lindi hitam meskipun degradasi lignin kurang dari 30%.  $\text{H}_2\text{O}_2$  mampu menyerang grup fenol pada lignin, akan tetapi kompleksitas lindi hitam menyebabkan degradasi lignin kurang maksimal.



Degradasi lindi hitam dan lignin juga terjadi pada rasio volume  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{FeSO}_4$  3:1, meskipun hasilnya tidak sebaik rasio volume  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{FeSO}_4$  1:1 (Gambar 1c). Ketika konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  ditambahkan lagi melebihi proses optimum, akan terjadi penurunan laju degradasi karena radikal hydroperoxyl kurang reaktif saat menyerang senyawa *recalcitrant* dalam fase cair (Cortez dkk., 2011). Hal ini disebabkan karena terjadinya proses rekombinasi dari radikal hidroksil yang berlebih (Devi dkk., 2010). Selain itu, penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  berlebihan mengakibatkan penumpukan sisa  $\text{H}_2\text{O}_2$  yang dapat meningkatkan COD (Ahmadi dkk., 2005).





Gambar 1. Rasio volume  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{FeSO}_4$  (a): 1:3; (b): 1:1; (c): 3:1

Hasil pengukuran dari berat endapan kering menunjukkan hasil yang semakin besar seiring naiknya pH awal lindi hitam. Setelah ditetesi  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , lindi hitam dengan pH 13 akan mengandung ion  $\text{H}^+$ . Ketika pereaksi Fenton yang menghasilkan radikal hidroksida ditambahkan ke dalam larutan tersebut, ion  $\text{H}^+$  tersebut akan bereaksi dengan radikal hidroksida terlebih dahulu sehingga degradasi lignin pada lindi hitam oleh pereaksi Fenton menjadi tidak optimal. Hal ini dibuktikan dengan pH akhir yang tidak berubah, yaitu pH 7-8. Di sisi lain, proses Fenton dapat bekerja optimal pada lindi hitam yang tidak mengalami perubahan pH awal. Hal ini ditunjukkan dengan perubahan pH akhir, yaitu pH 10-11 serta produksi lumpur kering yang lebih banyak.

Gambar 1a-c menunjukkan bahwa semakin besar berat lumpur kering seiring dengan naiknya rasio volume  $\text{FeSO}_4$ . Hal ini dikarenakan endapan yang didapat dari proses ini tidak hanya berasal dari senyawa-senyawa hasil degradasi lignin, tetapi juga sisa  $\text{FeSO}_4$  yang tidak bereaksi sehingga terbentuk endapan di dalam lindi hitam. Oleh sebab itu, diperlukan analisa komponen lebih lanjut pada lumpur kering.

### 3.2 Desain pusat komposit dan model regresi untuk dekolourisasi lignin

Variasi konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{FeSO}_4$ , dan pH larutan proses dipelajari untuk mengetahui pengaruhnya terhadap dekolourisasi lindi hitam. Gambar 1a-c menunjukkan bahwa masing-masing variabel tersebut berpengaruh terhadap hasil dekolourisasi lindi hitam dan degradasi lignin. Oleh karena itu, perlu dilakukan optimasi untuk menentukan kondisi optimal dari seluruh variabel terhadap

dekolorisasi lindi hitam. Desain pusat komposit digunakan untuk mendapatkan persamaan matematika sehingga didapatkan nilai dekolorasi lindi hitam terhadap fungsi konsentrasi  $H_2O_2$  ( $X_1$ ), konsentrasi  $FeSO_4$  ( $X_2$ ) dan pH larutan ( $X_3$ ) (Tabel 2).

Data yang diolah dengan menggunakan Minitab ditunjukkan pada Tabel 3 dan 4. Berdasarkan output ANOVA tersebut, dapat disimpulkan bahwa model yang tepat untuk kasus ini adalah model orde kedua (*Square*). Hal ini dilihat dari nilai *p-value* untuk model orde kedua (*Square*) kurang dari  $\alpha$  (5%). Nilai *p-value* dari regresi pada Tabel 4 adalah 0,000, lebih kecil dari derajat signifikansi  $\alpha = 5\%$ . Hal ini berarti variabel-variabel independen  $X_i$  memberikan sumbangan yang berarti dalam model. Selain itu, dapat dilihat pula *p-value* untuk komponen *Linear*, *Square* dan *Interaction* menunjukkan nilai yang kurang dari  $\alpha$  (5%), sehingga model orde kedua Full Quadratic sangat cocok untuk analisis model metode permukaan respon pada data ini. Hal ini juga didukung dengan nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) yang sangat tinggi yaitu 97,52% , artinya semua prediktor yang digunakan dalam model memberikan kontribusi terhadap respon sebesar 97,52% sedangkan 2,48% ditentukan oleh variabel lain diluar variabel penelitian.

**Tabel 3.** Estimasi Koefisien Model untuk Respon y

4

The analysis was done using coded units.

Estimated Regression Coefficients for y1

Term	Coef	SE Coef	T	P
Constant	0.412575	0.003546	116.364	0.000
x1	-0.056552	0.001665	-33.965	0.000
x2	-0.030635	0.001665	-18.399	0.000
x3	0.019671	0.001665	11.814	0.000
x1*x1	0.030292	0.001833	16.530	0.000
x2*x2	-0.000685	0.001833	-0.374	0.711
x3*x3	0.009677	0.001833	5.281	0.000
x1*x2	0.008404	0.002175	3.863	0.000
x1*x3	0.007256	0.002175	3.335	0.002
x2*x3	-0.007422	0.002175	-3.412	0.001

S = 0.0106575 PRESS = 0.00729236  
R-Sq = 97.97% R-Sq(pred) = 96.82% R-Sq(adj) = 97.52%

**Tabel 4.** ANOVA Model untuk Respon y

9

Analysis of Variance for y1

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	1 P
Regression	9	0.224418	0.224418	0.024935	219.54	0.000
Linear	3	0.185331	0.185331	0.061777	543.89	0.000
x1	1	0.131027	0.131027	0.131027	1153.59	0.000
x2	1	0.038451	0.038451	0.038451	338.53	0.000
x3	1	0.015853	0.015853	0.015853	139.57	0.000
Square	3	0.034807	0.034807	0.011602	102.15	0.000
x1*x1	1	0.031174	0.031034	0.031034	273.23	0.000
x2*x2	1	0.000465	0.000016	0.000016	0.14	0.711
x3*x3	1	0.003167	0.003167	0.003167	27.89	0.000
Interaction	3	0.004281	0.004281	0.001427	12.56	0.000
x1*x2	1	0.001695	0.001695	0.001695	14.92	0.000
x1*x3	1	0.001264	0.001264	0.001264	11.12	0.002
x2*x3	1	0.001322	0.001322	0.001322	11.64	0.001
1 Residual Error	41	0.004657	0.004657	0.000114		
Lack-of-Fit	5	0.000750	0.000750	0.000150	1.38	0.254
Pure Error	36	0.003907	0.003907	0.000109		
Total	50	0.229075				

3  
**Uji kesesuaian model regresi (*Lack of Fit*) dilakukan berdasarkan hipotesis**

$H_0$ : Model regresi cocok (tidak ada *lack of fit*) dan  $H_1$ : Model regresi tidak cocok (ada *lack of fit*). Hasil uji ini terhadap model diperoleh *p-value* = 0,254 atau lebih besar dibandingkan derajat signifikansi  $\alpha = 0,05$  sehingga berarti model regresi yang digunakan cocok. 8  
**Uji parameter regresi secara serentak dilakukan**

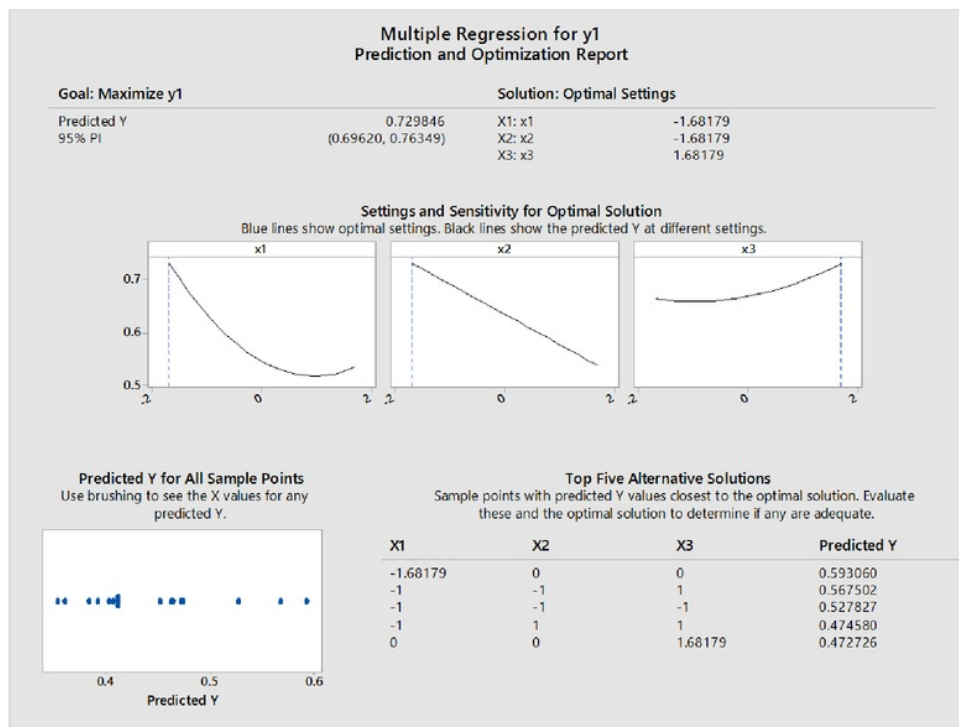
**berdasarkan hipotesis:**  $H_0: \beta_i = 0, i = 1, 2, 3, \dots, k$  dan  $H_1$ : Paling tidak ada satu  $\beta_i$  yang tidak sama dengan nol. Hasil pada Tabel 4 terlihat bahwa *F*-hitung = 219,54, dengan *p-value* = 0,000 lebih kecil dari derajat signifikansi  $\alpha = 5\%$ . Hal ini berarti bahwa variabel-variabel independen  $x_i$  memberikan sumbangan yang berarti terhadap model.

3  
Tabel 4 juga menunjukkan hasil taksiran parameter model. Berdasarkan hasil analisis, diperoleh model untuk variabel yang dikodekan adalah sebagai berikut:

$$y1 = 0.41258 - 0.05655x1 - 0.03063x2 + 0.01967x3 + 0.03029x1 * x1 - 0.00069x2 * x2 + 0.00968x3 * x3 + 0.00840x1 * x2 + 0.00726x1 * x3 - 0.00742x2 * x3$$

### Penentuan Respon Optimum

Dengan menggunakan bantuan MINITAB diperoleh respon optimum untuk variabel respon y1 adalah seperti terlihat pada Gambar 4 berikut:



**Gambar 4.** Kondisi Optimum untuk Respon y

Gambar 4 menunjukkan bahwa kondisi optimum untuk respon y adalah 0,729846 dengan interval keyakinan 95% antara 0,69620 sampai 0.76349. Kondisi optimum ini diperoleh pada level faktor x1 (pH) = -1.68 (6.64), x2 ([Fe<sup>2+</sup>]) = -1,68 (0.10) dan x3 ([H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>]) = 1.68 (3.68).

### Kesimpulan

Metode Fenton mampu mendekolorisasi air limbah lindi hitam dari proses bioetanol sebesar 52% pada pH 13 dengan rasio volume  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{FeSO}_4$  1:1. Metode permukaan respon merupakan metode yang baik untuk mengoptimasi variabel-variabel sehingga mampu meningkatkan efisiensi dekolorisasi air limbah lindi hitam. Dekolorisasi air limbah lindi hitam dapat ditingkatkan hingga mencapai 73% apabila pH, konsentrasi  $\text{FeSO}_4$ , dan konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  yang digunakan masing-masing sebesar 6,64; 0,1 mM, dan 3,68 mM. Hal ini menunjukkan bahwa metode Fenton mempunyai potensi dalam mengatasi permasalahan air limbah lindi hitam pada proses pembuatan bioetanol.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini didanai oleh Program Insentif Riset Sistem Inovasi Nasional (**Insinas**) Kementerian Riset dan Pendidikan Tinggi Tahun Anggaran 2016. Penulis mengucapkan terima kasih kepada Widda Rahmah yang telah membantu dalam eksperimen.

#### References

- [1] Devi LG., Kumar SG., Raju KSA., Rajashekhar, KE., 2010, Photo-Fenton and photo-Fenton-like processes for the degradation of methyl orange in aqueous medium: Influence of oxidation states of iron, Chemical Papers 64 (3): 378–385.
- [2] Torades F., Saiz S., Garcia-Hortal JA., 2011, Using central composite experimental design to optimize the degradation of black liquor by Fenton reagent, Desalination 268: 97-102.
- [3] Risanto L., Hermiati E., Sudiyani Y., 2014, Properties of lignin from oil palm empty fruit bunch and its application for plywood adhesive, Makara J. Technol. 18(2): 67-75.
- [4] Muryanto, Triwahyuni E., Abimanyu H., Cahyono A., Cahyono ET., Sudiyani Y., 2015, Alkaline delignification of oil palm empty fruit bunch using black liquor from pretreatment, Procedia Chemistry 16: 99-105.



- [5] Sevimli MF., Deliktas E., Sahinkaya S., Guclu D., 2014, A comparative study for treatment of white liquor by different applications of Fenton process, *Arabian Journal of Chemistry* 7(6): 1116-1123.
- [6] Wang JP., Chen YZ., Ge XW, Yu HQ., 2007, Optimization of coagulation-flocculation process for a paper-recycling wastewater treatment using response surface methodology, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 302: 204-210.
- [7] Ferreira SLC., Bruns RE., da Silva EGP., dos Santos WNL., Quintella CM., David JM., de Andrade JB., Breitzkreitz MC., Jardim ICSF., Neto BB., 2007, Statistical design and response surface techniques for the optimization of chromatographic systems, *Journal of Chromatography A* 1158: 2-14.
- [8] Arslan-Alaton I, Tureli G., Olmez-Hanci T., 2009, Treatment of azo dye production wastewaters using Photo-Fenton-like advanced oxidation processes: Optimization by response surface methodology, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 202 (2-3): 142-153.
- [9] Arslan-Alaton I., Gursoy BH., Akyol A., Kobya M., Bayramoglu M., 2010, Modeling and optimization of acid dye manufacturing wastewater treatment with Fenton's reagent: comparison with electrocoagulation treatment results and effects on activated sludge inhibition, *Water Science and Technology* 62 (1): 209-216.
- [10] Ay F., Catalkaya EC., Kargi F., 2008, Advanced oxidation of Direct Red (DR 28) by Fenton treatment, *Environmental Engineering Science* 25 (10): 1455-1462.
- [11] Ay F., EC., Kargi F., 2009, A statistical experiment design approach for advanced oxidation of Direct Red azo-dye by photo-Fenton treatment, *Journal of Hazardous Materials* 162 (1): 230-236.
- [12] Neyens E., Baeyens J., 2003, A review of classic Fenton's peroxidation as an advanced oxidation technique, *Journal of Hazardous Materials* 98: 33-50.
- [13] Cortez S., Teixeira P., Oliveira R., Mota M., 2011, Evaluation of Fenton and ozone-based advanced oxidation processes as mature landfill leachate pre-treatments, *Journal of Environmental Management* 92(3): 749-755.
- [14] Araujo E., Rodriguez-Malaver AJ., Gonzalez AM., Rojas OJ., Penaloza N., Bullon J., Lara MA., Dmitrieva N., 2002, Fenton's reagent-mediated degradation of residual Kraft black liquor, *Applied Biochemistry and Biotechnology* 97(2): 91-

- [15] Irfan M., Butt T., Imtiaz N., Abbas N., Khan RA., Shafique A., 2013, The removal of COD, TSS and colour of black liquor by coagulation-flocculation process at optimized pH, settling and dosing rate, Arabian Journal of Chemistry <http://dx.doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.08.007>
- [16] Yang WB., Zhen MUH., Cu HY., 2003, Treatment of black liquor from the papermaking industry by acidification and reuse, Journal of Environmental Science 15(5): 697-700.
- [17] Bhattacharjee C., Bhattacharyab PK., 2006, Ultrafiltration of black liquor using rotating disk membrane module, Separation and Purification Technology 49:281–290.
- [18] Bajpai P., 2001, Microbial degradation of pollutants in pulp mill effluents, Adv. Appl. Microbiol., 48: 79–134.
- [19] Chandra R., 2001, Microbial decolourisation of pulp mill effluent in presence of nitrogen and phosphorous by activated sludge process, J. Environ. Biol. 22(1): 23
- [20] Hewitt L., Parrott JL., McMaster ME., 2006, A decade of research on the environmental impacts of pulp a paper mill effluents in Canada: sources and characteristics of bioactive substances, Journal of Toxicology and Environmental Health. Part B: Critical Review 9:341-356.

# METODE PERMUKAAN RESPON DAN APLIKASINYA

## ORIGINALITY REPORT

16%

SIMILARITY INDEX

14%

INTERNET SOURCES

5%

PUBLICATIONS

10%

STUDENT PAPERS

## PRIMARY SOURCES

1

Submitted to Universitas Jember

Student Paper

4%

2

media.neliti.com

Internet Source

3%

3

www.scribd.com

Internet Source

2%

4

pisip.fime.uanl.mx

Internet Source

1%

5

www.science.gov

Internet Source

1%

6

www.neliti.com

Internet Source

1%

7

www.tfhr.gov

Internet Source

1%

8

vdocuments.site

Internet Source

1%

9

Submitted to Rajarambapu Institute of Technology

1%

10	"Sustainable Future for Human Security", Springer Nature, 2018 Publication	1%
----	--	----

---

11	Montserrat Pérez. "Removal of organic contaminants in paper pulp treatment effluents under Fenton and photo-Fenton conditions", Applied Catalysis B, Environmental, 20020208 Publication	1%
----	--	----

---

---

Exclude quotes	On
----------------	----

Exclude bibliography	On
----------------------	----

Exclude matches	< 1%
-----------------	------

# METODE PERMUKAAN RESPON DAN APLIKASINYA

## GRADEMARK REPORT

FINAL GRADE

/0

GENERAL COMMENTS

Instructor

PAGE 1

PAGE 2

PAGE 3

PAGE 4

PAGE 5

PAGE 6

PAGE 7

PAGE 8

PAGE 9

PAGE 10

PAGE 11

PAGE 12

PAGE 13

PAGE 14

PAGE 15